

1/7/2

DIALOG(R)File 350:Derwent WPIX

(c) 2006 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009299769

WPI Acc No: 1992-427178/199252

N-(long chain acyl)amino-carboxylic acid or amino-sulphonic acid  
surfactants mfr - for detergent compsns. by reacting acids with purified  
fatty acid chlorides, with low boiling impurities removed, giving  
non-irritant detergent

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
-----------	------	------	-------------	------	------	------

JP 4321656	A	19921111	JP 9190648	A	19910422	199252 B
------------	---	----------	------------	---	----------	----------

Priority Applications (No Type Date): JP 9190648 A 19910422

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

JP 4321656	A	6	C07C-233/45		
------------	---	---	-------------	--	--

Abstract (Basic): JP 4321656 A

Prodn. comprises reaction of fatty acid chlorides and aminocarboxylic or aminosulphonic acids in the presence of alkali materials using purified fatty acid chlorides obtd. by evaporating, after reaction of phosphorus trichloride and fatty acids, to remove a part or all of low-boiling matters by batch method under reduced pressure of not more than 200mmHg and ordinary temp. while blowing inert gas through, and/or stirring, the reaction mixt..

Detergent compsns. contg. N-(long chain acyl)aminocarboxylic acid or aminosulphonic acid type surfactants obtd. as above are also new.

USE/ADVANTAGE - N-(Long-chain acyl)aminocarboxylic acids and aminosulphonic acids of low residual phosphorus content can be efficiently produced without viscosity increase at acylation by using fatty acid chlorides from which low-boiling matters have been removed with no use of heavy facilities and use of batch system. Present compsns. are low-irritating to skin and eyes and have good detergency.

In an example, phosphorus trichloride (1030g, 7.5 moles) was added in 2 hrs. to lauric acid (3000g, 15 moles) molten at 50 deg.C.. resulting mixt. was stirred for 1 hr. at 50-60 deg.C., allowed to stand for 24 hrs. at 50 deg.C., and phosphorus acid of lower layer was removed to get 3331g of crude lauroyl chloride, purity: 93.5%, free fatty acid: 1.6%, phosphorus portion: 1.1%. from 1500g of this crude lauroyl chloride, low-boiling portion was distilled off at 50 deg.C. under 1 mmHg while blowing through nitrogen to obtain 1410g of purified lauroyl chloride. Purity: 98.0%, free fatty acid: 1.6%, phosphorus portion: 0.09%. Beta-alanine (90.1g, 1.0 mole) was dissolved in water (377ml) and mixed with 48% aq. soln. (107g) of KOH to get aq. soln. of potassium alaninate. To this soln., purified lauroyl chloride (200g)

TMTMTM(1)

was added in 1.5 hrs. at 15-20 deg.C. while controlling pH at 11.5 by using 171g of 30% aq. soln. of KOH. Viscosity after addn. was 2500 cP. After further agitation for 1 hr. at that temp., 36% HCl was added to adjust pH to 2 and crude crystals of lauroyl-beta-alanine pptd. were filtered off and dried. Yield: 245g, phosphorus portion 0.014%. Control example using unpurified lauroyl chloride resulted in viscosity after reaction of 20000 cP, yield of 230g and phosphorus portion of 0.02ide.

Dwg.0/0

Derwent Class: D21; D25; E16

International Patent Class (Main): C07C-233/45

International Patent Class (Additional): A61K-007/50; C07C-231/02;  
C07C-303/22; C07C-309/15; C11D-001/10; C11D-001/18

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-321656

(43) 公開日 平成4年(1992)11月11日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 233/45		7106-4H		
231/02				
303/22		7731-4H		
309/15		9160-4H		
C 1 1 D 1/10		7614-4H		

審査請求 未請求 請求項の数12(全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-90648

(22) 出願日 平成3年(1991)4月22日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 小島 雅代

和歌山県和歌山市西高松1-5-28

(72) 発明者 立澤 修

和歌山県和歌山市西浜1450

(72) 発明者 安倍 裕

和歌山県和歌山市和歌浦東2-5-38

(72) 発明者 外谷 孝四郎

和歌山県那賀郡岩出町中黒446-26

(74) 代理人 弁理士 有賀 三幸 (外2名)

(54) 【発明の名称】 N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の製造方法及び該活性剤を含有する洗浄剤組成物

(57) 【要約】

【構成】 脂肪酸クロライドとアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸とを、アルカリ物質の存在下で反応させるに際し、三塩化リンと脂肪酸を反応させた後、その反応混合物中に不活性ガスを吹き込みながら、及び/又は攪拌しながら、200mmHg以下の減圧下、常温乃至加温下で低沸点物質の一部又は全てを回分操作にて留去して得られる精製脂肪酸クロライドを用いるN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の製造方法及び該活性剤を含有する洗浄剤組成物。

【効果】 重設備を用いず、回分式反応設備で低沸点物質を留去した脂肪酸クロライドを用いることにより、アシル化反応時に増粘することなく、効率よく、N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 脂肪酸クロライドとアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸とを、アルカリ物質の存在下で反応させてN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造する方法において、三塩化リンと脂肪酸を反応させた後、その反応混合物中に不活性ガスを吹き込みながら、及び／又は攪拌しながら、200mmHg以下の減圧下、常温乃至加温下で低沸点物質の一部又は全てを回分操作にて留去して得られる精製脂肪酸クロライドを用いることを特徴とするN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の製造方法。

【請求項2】 低沸点物質が三塩化リン及び／又は塩化水素を含有するものである請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 低沸点物質を30～100℃で留去させる請求項1又は2記載の製造方法。

【請求項4】 低沸点物質を0.5～50時間留去させる請求項1～3いずれかの項記載の製造方法。

【請求項5】 脂肪酸クロライドの総炭素数が8～24である請求項1～4いずれかの項記載の製造方法。

【請求項6】 アミノカルボン酸又はアミノスルホン酸が、グリシン、グルタミン酸、アスパラギン酸、サルコシン、β-アラニン、N-メチル-β-アラニン及びタウリンから選ばれる少なくとも1種である請求項1～5いずれかの項記載の製造方法。

【請求項7】 アルカリ物質がアルカリ金属の水酸化物、炭酸塩もしくは炭酸水素塩又はこれらを含む水溶液である請求項1～6いずれかの項記載の製造方法。

【請求項8】 不活性ガスが窒素、ヘリウム、ネオン又はアルゴンである請求項1～7いずれかの項記載の製造方法。

【請求項9】 N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤が、N-長鎖アシルアミノ酸、N-長鎖アシルアミノ酸アルカリ金属塩、N-長鎖アシルアミノ酸アルカノールアミン塩、N-長鎖アシルアミノ酸アンモニウム塩又はN-長鎖アシルアミノ酸塩基性アミノ酸塩である請求項1記載の製造方法。

【請求項10】 三塩化リンと脂肪酸を反応させた後、その反応混合物中に不活性ガスを吹き込みながら、及び／又は攪拌しながら、200mmHg以下の減圧下、常温乃至加温下で低沸点物質の一部又は全てを回分操作にて留去して得られる精製脂肪酸クロライドと、アミノカルボン酸又はアミノスルホン酸とを、アルカリ物質の存在下に反応させて得られるN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を含有することを特徴とする洗浄剤組成物。

【請求項11】 N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の長鎖アシル基の総炭素数が8～24である請求項10記載の洗浄剤組成物。

【請求項12】 N-長鎖アシルアミノカルボン酸又は

アミノスルホン酸型界面活性剤がN-長鎖アシルグリシン、N-長鎖アシルグルタミン酸、N-長鎖アシルアスパラギン酸、N-長鎖アシルサルコシン、N-長鎖アシル-β-アラニン、N-長鎖アシル-N-メチル-β-アラニン、N-長鎖アシルタウリン及びこれらのアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩及び塩基性アミノ酸塩から選ばれる少なくとも1種である請求項10又は11記載の洗浄剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の製造方法及び該活性剤を含有し、皮膚に対して温和で、しかも優れた洗浄力を有する洗浄剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 N-長鎖アシルグルタミン酸、N-長鎖アシル-β-アラニン等のN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤は、静菌作用を有し、しかも低刺激であることから、最近広く用いられている。従来、これらN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤は、アミノ酸のアルカリ水溶液に脂肪酸クロライドを反応させるショットテン-パウマン法や、その改良発明である特公昭46-8685号公報、特公昭51-38681号公報に記載されているような親水性溶媒を含むアミノ酸水溶液に、アルカリ物質の存在下で脂肪酸クロライドを反応させる方法により製造されている。そして、その原料となる脂肪酸クロライドは、現在大部分が、安価で製造容易な三塩化リンと脂肪酸から工業的に製造されている。

【0003】 この三塩化リンを原料として製造された脂肪酸クロライドをそのまま用いてアシル化を行う場合、脂肪酸クロライド中には微量の無機又は有機のリン化合物が含まれているため、反応性を維持するには反応に過剰のアルカリ物質が必要となる。そして、これを中和することにより生じる塩のため反応系が増粘したり、反応後の脱塩工程での負荷が大きくなるという問題があった。また、蒸留精製を行った脂肪酸クロライドを用いてアシル化を行う場合（特開昭63-2962号公報）、脂肪酸クロライド中のリン化合物量を低減化できるため、純度の高いN-長鎖アシルアミノ型界面活性剤を製造することができるが、脂肪酸クロライドの蒸留は設備的にも負荷が大きく、沸点付近で脂肪酸クロライドが熱分解するという問題があった。

【0004】 一方、脂肪酸クロライドの精製法としては、膜処理（特開昭64-19038号公報）、吸着処理（特開昭64-50839号公報、特開平1-211547号公報）、揮発性物質の薄膜蒸留による留去（特開昭64-50839号公報）等が知られているが、吸着処理では後処理が困難であること、薄膜蒸留では設備的負荷が大きいことなどの問題が

あった。

【0005】従って、アシル化反応時に増粘することなく、しかも設備的な負荷も低減化でき、効率よくN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造する方法が望まれていた。

【0006】

【課題を解決するための手段】かかる実情において、本発明者らは鋭意研究を行った結果、特定の方法により精製した脂肪酸クロライドを用いれば、アシル化反応時に増粘することなく、設備的な負荷も小さく、極めて効率よく、N-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造できること、さらに、該界面活性剤を含有する洗浄剤組成物は皮膚に対して温和で、しかも優れた洗浄力を有することを見出し、本発明を完成した。

【0007】すなわち、本発明は、脂肪酸クロライドとアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸とを、アルカリ物質の存在下で反応させてN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造する方法において、三塩化リンと脂肪酸を反応させた後、その反応混合物中に不活性ガスを吹き込みながら、及び/又は攪拌しながら、200mmHg以下の減圧下、常温乃至加温下で低沸点物質の一部又は全てを回分操作にて留去して得られる精製脂肪酸クロライドを用いることを特徴とするN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤の製造方法、及び該活性剤を含有する洗浄剤組成物を提供することである。

【0008】本発明で用いられる脂肪酸クロライドとしては、直鎖又は分枝鎖の炭素数8~24の飽和又は不飽和の脂肪酸クロライドが好ましく、例えばラウロイルクロライド、パルミトイルクロライド、ステアロイルクロライド、オレオイルクロライド等の単一組成の脂肪酸クロライドの他、ヤシ油脂肪酸クロライド、牛脂脂肪酸クロライド等の混合脂肪酸クロライドも同様に使用することができる。

【0009】本発明において、かかる脂肪酸クロライドは、脂肪酸に1~2倍当量の三塩化リンを50~70℃で0.5~2時間かけて添加し、1~5時間熟成した後、約1~24時間静置して下層の亜リン酸を除去し、不活性ガスを吹き込みながら、及び/又は攪拌しながら、200mmHg以下の減圧下、常温乃至加温下で低沸点物質の一部又は全てを回分操作にて留去することにより製造したものをを用いる。ここで用いられる不活性ガスとしては、例えば窒素、ヘリウム、ネオン、アルゴン等が挙げられ、特に、窒素が好ましい。低沸点物質の留去は、200mmHg以下の減圧下で行うが、特に0.1~100mmHgの減圧下で行うのが好ましい。また、このときの温度は30~100℃、特に30~70℃が好ましく、0.5~50時間、特に0.5~10時間留去処理を行うのが好ましい。なお、この処理により留去される低沸点物質には、三塩化リン、塩化水素等

が含まれる。

【0010】本発明において、脂肪酸クロライドとアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸の縮合反応は、例えば脂肪酸クロライドに対して1~2当量のアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸と、2~4当量のアルカリ物質の水溶液に、前記のごとくして得られた脂肪酸クロライドを-5~30℃で0.5~5時間かけて添加し、同温度又は40~70℃で1~5時間熟成することにより行われる。ここで用いられるアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸としては、例えばグリシン、グルタミン酸、アスパラギン酸、サルコシン、β-アラニン、N-メチルβ-アラニン、タウリン等が挙げられる。なお、グルタミン酸及びアスパラギン酸は、光学活性体又はラセミ体のいずれをも使用することができる。また、グルタミン酸又はアスパラギン酸を用いる場合は、特公昭46-8085号公報に記載されているように、アセトン等の親水性溶媒を添加し、アルカリ水溶液も同時に滴下するのが好ましい。また、アルカリ物質としては、無機塩基、有機塩基のうち、特にアルカリ金属の水酸化物、炭酸塩、炭酸水素塩又はこれらの水溶液が好ましい。なお、無機塩を含有しないN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤が望まれる場合には、例えば後処理として反応液を塩酸等の無機酸でpH1~3とし、析出してくるN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を濾別又は適当な溶媒で抽出し、これを乾燥するか又は無機塩基若しくは有機塩基で中和すればよい。

【0011】このようにして得られる本発明のN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤としては、例えばN-長鎖アシルグリシン、N-長鎖アシルグルタミン酸、N-長鎖アシルアスパラギン酸、N-長鎖アシルサルコシン、N-長鎖アシルβ-アラニン、N-長鎖アシル-N-メチルβ-アラニン、N-長鎖アシルタウリン及びこれらの塩が挙げられ、塩としては、特にナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、トリエタノールアミン塩等のアルカノールアミン塩、リジン塩等の塩基性アミノ酸塩が好ましい。

【0012】本発明の洗浄剤組成物は、前記方法により製造されたN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を、好ましくは0.5~50重量%含有するものであり、必要に応じて、色素、香料、可溶化剤、ビルダー等の補助剤を適宜配合することができる。また、洗浄力や泡立ちを調整する目的で、他のアニオン界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤等を配合することもでき、かかる界面活性剤としては、通常の洗浄剤組成物に使用されるものであれば特に制限されないが、例えば脂肪酸石鹸、高級アルコール硫酸エステル塩、ポリオキシエチレン高級アルコールリン酸エステル及びその塩、スルホン化高級脂肪酸アルコール硫

酸エステル塩、高級アルコールスルホコハク酸エステル塩、イセチオン酸高級脂肪酸エステル塩、 $\alpha$ -スルホ高級アルコール酢酸エステル塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、脂肪酸アルカノールアミド及びそのエチレンオキサイド縮合物、ポリオキシエチレン高級脂肪酸モノエタノールアミドリン酸エステル、N-アシルペプチド塩、アルキルイミノ酢酸塩、高級アルキルアミノオキサイド、高級アルキルアミドアミノオキサイド、高級アルキルジメチルベタイン、高級アルキルアジドベタイン等が挙げられる。

【0013】本発明の洗浄剤組成物は、通常の方法に従って製造することができ、シャンプー、ボディシャンプー、リキッドソープ、台所洗剤などの広い用途に適用することができる。

【0014】

【発明の効果】本発明によれば、重設備を用いず、回分式反応設備で低沸点物質を留去した脂肪酸クロライドを用いることにより、アシル化反応時に増粘することなく、効率よく、N-長鎖アルシラミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を製造することができる。また、本発明のN-長鎖アルシラミノカルボン酸又はアミノスルホン酸型界面活性剤を含有する洗浄剤組成物は、皮膚や眼に対する刺激が少なく、しかも優れた洗浄力を有するものである。

【0015】

【実施例】次に、実施例を挙げて、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

実施例1

N-ラウロイル- $\beta$ -アラニンの製造：ラウリン酸3000 g (15モル) を50℃で溶解させ、三塩化リン1030 g (7.5モル) を約2時間かけて添加した後、50~60℃で約1時間攪拌した。反応後、50℃で24時間静置した後、下層の亜リン酸を除去し、粗ラウリン酸クロライド3331 gを得た。このものは、遊離脂肪酸 1.6%、リン分 1.1%、純度93.5%であった。この粗ラウリン酸クロライド1500 gから、窒素を吹き込みながら1 mmHg、50℃で1時間かけて低沸点分を留去し、1410 gの精製ラウリン酸クロライドを得た。このものは、遊離脂肪酸 1.6%、リン分0.09%、純度98.0%であった。 $\beta$ -アラニン90.1 g (1.0モル) を水 377 mlに溶解させ、これに48%水酸化カリウム水溶液 107 gを加えて $\beta$ -アラニンカリウム塩水溶液を得た。これを15~20℃に保持しつつ、精製ラウリン酸クロライド 200 gを、30%水酸化カリウム水溶液 171 gを用いてpHを11.5に調整しながら、1.5時間かけて添加した。添加終了後の粘度は2500cPであった。添加終了後、さらに同温度で1時間攪拌した後、36%塩酸を加えてpH 2に調整し、析出したN-ラウロイル- $\beta$ -アラニンの粗結晶を濾別し、乾燥した。粗結晶の収量は 245 gであった。このもののリン分は 0.014%であった。

【0016】比較例1

N-ラウロイル- $\beta$ -アラニンの製造：実施例1で得られた未精製ラウリン酸クロライドを用い、実施例1と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 20000cPで、これを実施例1と同様に処理してN-ラウロイル- $\beta$ -アラニンの粗結晶 230 gを得た。このもののリン分は 0.022%であった。

【0017】実施例2

N-ステアロイル- $\beta$ -アラニンの製造：ステアリン酸 284 gを用い、実施例1と同様にして、粗ステアリン酸クロライド 305 gを得た。このものは、遊離脂肪酸 2.0%、リン分 1.1%、純度93.1%であった。この粗ステアリン酸クロライド 150 gから、窒素を吹き込み、攪拌しながら30 mmHg、70℃で5時間かけて低沸点分を留去し、140 gの精製ステアリン酸クロライドを得た。このものは、遊離脂肪酸 2.1%、リン分 0.1%、純度97.6%であった。 $\beta$ -アラニン42.6 g (0.48モル) と水酸化カリウム26.7 gを水 550 mlに溶解し、20~30℃に保持しつつ、精製ステアリン酸クロライド 120 gを、pH 11~13の範囲で48%水酸化カリウム水溶液46.3 gと同時に約2時間かけて添加した。添加終了後の粘度は2700cPであった。添加終了後、さらに同温度で1.5時間攪拌した後、6 N塩酸を加えてpH 1に調整し、析出したN-ステアロイル- $\beta$ -アラニンの粗結晶を濾別し、乾燥した。粗結晶の収量は135 gであった。このもののリン分は 0.010%であった。

【0018】比較例2

N-ステアロイル- $\beta$ -アラニンの製造：実施例2で得られた未精製ステアリン酸クロライドを用い、実施例2と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 15000cPで、これを実施例2と同様に処理してN-ステアロイル- $\beta$ -アラニンの粗結晶 132 gを得た。このもののリン分は0.018%であった。

【0019】実施例3

N-ココイルグリシンの製造：ヤシ油脂肪酸 501 gを用い、実施例1と同様にして、粗ヤシ油脂肪酸クロライド 545 gを得た。このものは、遊離脂肪酸 1.8%、リン分 1.0%、純度93.8%であった。この粗ヤシ油脂肪酸クロライド 240 gから、窒素を吹き込みながら200 mmHg、50℃で6時間かけて低沸点分を留去し、216 gの精製ヤシ油脂肪酸クロライドを得た。このものは、遊離脂肪酸 1.8%、リン分 0.1%、純度97.8%であった。グリシン 103 g (1.40モル) と水酸化ナトリウム55 gを水1110 mlに溶解し、20~30℃に保持しつつ、精製ヤシ油脂肪酸クロライド 200 gを、48%水酸化ナトリウム水溶液75 gを用いてpH 11.5に調整しながら、約1.5時間かけて添加した。添加終了時の粘度は2000cPであった。添加終了後、さらに同温度で2時間攪拌した後、36%塩酸を加えてpH 1に調整し、析出したN-ココイルグリシンの粗結晶を濾別し、乾燥した。粗結晶の収量は 250 gであっ

7

た。このもののリン分は 0.012%であった。

#### 【0020】比較例3

N-ココイルグリシンの製造：実施例3で得られた未精製ヤシ油脂脂肪酸クロライドを用い、実施例3と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 10000cPで、これを実施例3と同様に処理してN-ココイルグリシンの粗結晶 245gを得た。このもののリン分は 0.032%であった。

#### 【0021】実施例4

N-オレイルグリシンの製造：オレイン酸 500gを用い、実施例1と同様に反応、処理し、528gの精製オレイン酸クロライドを得た。このものは、遊離脂肪酸 3.1%、リン分0.22%、純度95.9%であった。グリシン89.9g (1.20モル) を水600mlとアセトン200mlの混合溶媒に溶解し、48%水酸化ナトリウム水溶液 100gを添加した。この水溶液を20~30℃に保持しつつ、精製オレイン酸クロライド 200gを、48%水酸化ナトリウム水溶液56gを用いてpH11.5に調整しながら、約 1.5時間かけて添加した。添加終了時の粘度は2600cPであった。添加終了後、さらに同温度で2時間攪拌した後、36%塩酸を加えてpH2に調整し、析出したN-オレイルグリシンの粗結晶を濾別し、乾燥した。粗結晶の収量は 218gであった。このもののリン分は 0.010%であった。

#### 【0022】比較例4

N-オレイルグリシンの製造：実施例4で得られた未精製オレイン酸クロライドを用い、実施例4と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 11000cPで、これを実施例4と同様に処理してN-オレイルグリシンの粗結晶220gを得た。このもののリン分は 0.035%であった。

#### 【0023】実施例5

N-ラウロイルグリシンの製造：グリシン75g (1.00モル) を水 340mlに溶解し、これに48%水酸化ナトリウム水溶液 117gを加えてグリシンカリウム塩水溶液を得た。次いで、これを15~20℃に保持しつつ、実施例1で得られた精製ラウリン酸クロライド 200gを、30%水酸化カリウム水溶液 172gを用いてpH11.5に調整しながら\*

(配合成分)

N-ラウロイル-β-アラニン  
精製水

#### (評価方法)

溶解性：10℃における外観を下記基準により肉眼で判定、評価した。

○：透明

△：わずかに濁り有り

×：結晶が析出し、不透明又は沈殿物有り

泡立ち：10倍希釈水溶液を調整し、この溶液 100ml (液温40℃及び20℃) を目盛り付きシリンダーに一注入す

8

\*ら、約 1.5時間かけて添加した。添加終了時の粘度は1800cPであった。添加終了後、さらに同温度で1時間攪拌した後、36%塩酸を加えてpH1に調整し、析出したN-ラウロイルグリシンの粗結晶を濾別し、乾燥した。粗結晶の収量は 230gであった。このもののリン分は 0.018%であった。

#### 【0024】比較例5

N-ラウロイルグリシンの製造：実施例1で得られた未精製ラウリン酸クロライドを用い、実施例5と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 18000cPで、これを実施例5と同様に処理してN-ラウロイルグリシンの粗結晶232gを得た。このもののリン分は 0.040%であった。

#### 【0025】比較例6

N-ラウロイルグリシンの製造：実施例1で得られた未精製ラウリン酸クロライド 500gから、窒素を吹き込みながら 500mmHg、50℃で6時間かけて低沸点分を留去し、496gの精製ラウリン酸クロライドを得た。このものは、遊離脂肪酸 1.6%、リン分0.77%、純度95.0%であった。得られた精製ラウリン酸クロライドを用い、実施例5と同様に反応を行った。反応終了時の粘度は 16000cPで、これを実施例5と同様に処理してN-ラウロイルグリシンの粗結晶 228gを得た。このもののリン分は 0.041%であった。

【0026】実施例1~5及び比較例1~6の結果から明らかなように、本発明によれば、低沸点物質の一部又は全てを留去した脂肪酸クロライドを用いることにより、アシル化反応時に増粘することなく、効率よくN-長鎖アシルアミノカルボン酸又はスルホン酸型界面活性剤を製造することができ、しかも得られた界面活性剤中のリン含量を低減することができた。

#### 【0027】試験例1

N-ラウロイル-β-アラニンを用い、常法により製造した液体洗浄剤組成物について、溶解性、泡立ち及び残存リン量を調べた。結果を表1に示す。

#### 25 (重量%)

#### バランス

る。次いで、攪拌羽根を上記溶液中に設置し、攪拌開始から30秒後において生じた泡の体積 (ml) を測定して、これを泡立ち量とし、200ml以上を良好 (○)、200ml未満を不足 (×) と判定した。なお、攪拌羽根の回転数は 1000rpmであり、5秒毎に反転させた。

#### 【0028】

#### 【表1】

	原料処理 (酸クロライド)	溶解性	泡立ち量 (ml)	泡立ち性 評価	残存リン量 (ppm)
実施例1	低濃度処理済製品	○	220	○	35
比較例1	未処理	△	180	×	55
比較品	蒸留	○	230	○	5

【0029】表1の結果から明らかなように、本発明方 10 \* 留した酸クロライドを用いて製造したものと同等の性能法により製造したN-ラウロイル-β-アラニンを用い を有する洗浄剤を得ることができる。  
れば、未処理の酸クロライドを用いて製造したものより 【0030】実施例6  
も、残存するリン量を低減することができ、さらに、蒸 \*

## (成分)

- (1) N-ラウロイルグリシントリエタノールアミン塩 25 (重量%)  
 (2) ココイルイセチオン酸 5  
 (3) 香料 0.5  
 (4) エタノール 3  
 (5) 水 バランス

加熱した水に成分(1)及び(2)を溶解し、冷却した後、 20 ※ ころ、刺激が少なく、しかも泡立ち及び泡切れが良く、成分(3)及び(4)を加え、液体洗浄剤組成物を製造し 優れた性能の洗浄剤であることが確認できた。  
た。得られた洗浄剤組成物で皮膚及び毛髪を洗浄したと ※ 【0031】実施例7

## (成分)

- (1) N-ラウロイル-β-アラニントリエタノールアミン塩 25 (重量%)  
 (2) ラウリルグリコシド (縮合度1.4) 5  
 (3) ラウリン酸ジエタノールアミド 2  
 (4) 香料 0.5  
 (5) エタノール 3  
 (6) 水 バランス

加熱した水に成分(1)～(3)を溶解し、冷却した後、成 30 ろ、刺激が少なく、しかも泡立ち及び泡切れが良く、成分(4)及び(5)を加え、液体洗浄剤組成物を製造した。 優れた性能の洗浄剤であることが確認できた。  
得られた洗浄剤組成物で皮膚及び毛髪を洗浄したとこ

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
 C 1 1 D 1/18  
 // A 6 1 K 7/50

識別記号 庁内整理番号  
 7614-4H  
 9051-4C

F I

技術表示箇所